






2002/D-509
BB**Verfahren zur Herstellung von Disazofarbstoffen und deren
Metallkomplexverbindungen VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON
DISAZOFARBSTOFFEN UND DEREN METALLKOMPLEXVERBINDUNGEN**

Patent number: DE1644155
Publication date: 1971-03-25
Inventor: DR MEININGER FRITZ DIPL-CHEM
Applicant: HOECHST AG
Classification:
- international: C09B45/28
- european: C09B31/072; C09B45/24; C09B62/455
Application number: DE1966F049022 19660427
Priority number(s): DE1966F049022 19660427; DE1965F047105 19650907

Also published as:

 US3457252 (A1)
 GB1157288 (A)
 CH514660 (A5)
 CH482808 (A5)
 BE686538 (A)

Abstract not available for DE1644155

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

Best Available Copy

(61)

Int. Cl.:

C 09 b, 62/74

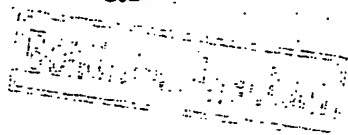
BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



(62)

Deutsche Kl.: 22 a, 62/74



(10)

Offenlegungsschrift 1 644 155

(11)

Aktenzeichen: P 16 44 155:7 (F 49022)

(21)

Anmeldetag: 27. April 1966

(22)

Offenlegungstag: 25. März 1971

(43)

Ausstellungspriorität: —

(30)

Unionspriorität

(32)

Datum: —

(33)

Land: —

(31)

Aktenzeichen: —

(54)

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung von Disazofarbstoffen und deren Metallkomplexverbindungen

(61)

Zusatz zu: 1 544 541

(62)

Ausscheidung aus: —

(71)

Anmelder: Farbwerke Hoechst AG, vormals Meister-Lucius & Brüning, 6000 Frankfurt

Vertreter: —

(72)

Als Erfinder benannt: Meininger, Fritz, Dipl.-Chem. Dr., 6230 Frankfurt-Höchst

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): 2. 10. 1969

DT 1 644 155

FARBWERKE HOECHST AG vormals Meister Lucius & Brüning

1644155

Aktenzeichen: P 44 155.7-43

- Fw 71 a

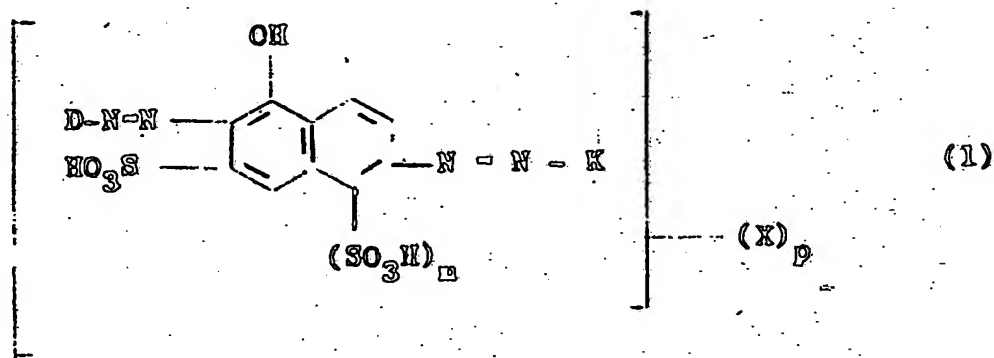
Frankfurt (Main)-Höchst, den 28. November 1969

Dr. MU/B

Verfahren zur Herstellung von Disazofarbstoffen und deren
Metallkomplexverbindungen

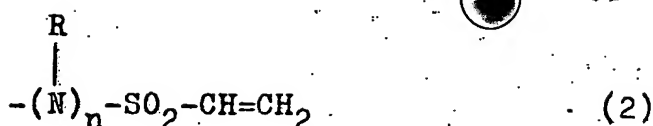
Zusatz zu Patent (Patentanmeldung F 47 105 IVc/22a)

Gegenstand des Patentes (Patentanmeldung
F 47 105 IV c/22 a) ist ein Verfahren zur Herstellung von
Disazofarbstoffen der allgemeinen Formel

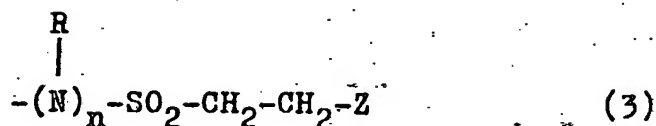


worin D den Rest einer Diazokomponente der Benzol- oder Naphthalinreihe darstellt, der gegebenenfalls in o-Stellung zur Azogruppe eine zur Metallkomplexbildung befähigte oder unter den Bedingungen der Metallierung in eine solche überführbare Gruppe aufweist, K den Rest einer Azokomponente der Benzol- oder Naphthalinreihe, X eine an D und/oder K gebundene Gruppierung der Formel

109813/1682

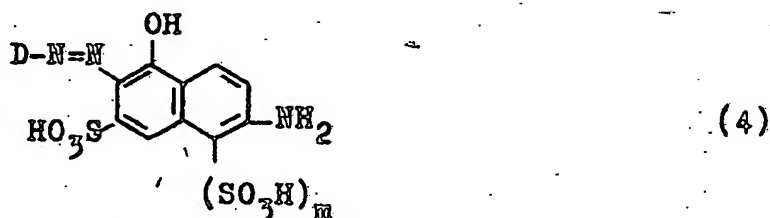


oder



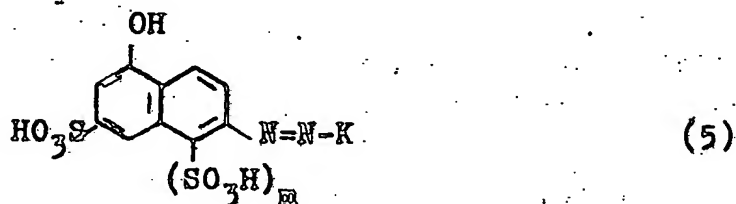
worin R ein Wasserstoffatom oder einen Kohlenwasserstoffrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, Z einen alkalisch abspaltbaren Rest, m und n 0 oder 1 und p 1 oder 2 bedeuten, und deren Metallkomplexverbindungen, welches dadurch gekennzeichnet ist, daß man

a) 1 Mol eines Aminoazofarbstoffes der Formel



worin D und m die vorstehend genannten Bedeutungen besitzen, diazotiert und mit 1 Mol einer Azokomponente der Benzol- oder Naphthalinreihe kuppelt, oder

b) 1 Mol eines Azofarbstoffes der allgemeinen Formel



worin K und m die vorstehend genannten Bedeutungen besitzen, mit 1 Mol einer Diazokomponente der Benzol- oder Naphthalinreihe kuppelt, die gegebenenfalls in o-Stellung zur Azogruppe eine zur Metallkomplexbildung befähigte oder unter den Bedingungen der Metallisierung in eine solche überführbare Gruppe aufweist,

und dabei die Komponenten so wählt, daß mindestens einer der eingesetzten Reaktionspartner eine an D und/oder K gebundene Gruppierung der Formel (2) oder (3) aufweist, und gegebenenfalls die so erhaltenen metallfreien Disazofarbstoffe in Substanz oder auf einem Substrat durch Einwirkung metallabgebender Mittel in die entsprechenden Metallkomplexverbindungen überführt.

In Weiterausbildung dieses Erfindungsgedankens wurde nun gefunden, daß man Disazofarbstoffe der oben angegebenen Formel (1) und deren Metallkomplexverbindungen auch dadurch herstellen kann, daß man in Abänderung des vorhergenannten Verfahrensweges a) des Hauptpatentes einen Aminoazofarbstoff der allgemeinen Formel (4), in welcher D den Rest einer Diazokomponente der Benzol- oder Naphthalinreihe bedeutet, der in o-Stellung zur Azogruppe eine Hydroxyl- oder Carboxylgruppe aufweist und m für 0 oder 1 steht, durch Einwirkung eines metallabgebenden Mittels in die entsprechende Metallkomplexverbindung überführt, den so erhaltenen Metallkomplexfarbstoff in saurem, vorzugsweise schwach saurem Medium, beispielsweise in Gegenwart von Essigsäure, diazotiert und mit einer Azokomponente der Benzol- oder Naphthalinreihe kuppelt und gegebenenfalls den so erhaltenen metallhaltigen Disazofarbstoff entmetallisiert.

Zur Vervollständigung der Kupplungsreaktion ist es dabei vorteilhaft, einen geringen Überschuß, beispielsweise etwa 1,1 Mol der Azokomponente je Mol Diazokomponente, zu verwenden.

Als metallabgebende Mittel kommen vorzugsweise Kupfer-, Kobalt- oder Chromverbindungen in Betracht. Geeignet sind beispielsweise die entsprechenden wasserlöslichen Salze, wie Sulfate, Chloride, Acetate, Formiate und die Salze organischer Sulfonsäuren. Bei der Metallisierung wird beim Vorliegen der Metalle Kobalt und Chrom jeweils die 1:2-Metallkomplexverbindung des Aminoazofarbstoffes der Formel (4) erhalten, während bei Verwendung von kupferabgebenden Mitteln der

entsprechende 1: Metallkomplexfarbstoff ents.

Die zur Herstellung der erfindungsgemäßen Disazofarbstoffe verwendeten Diazo- und Azokomponenten können außer einer der oben angegebenen Gruppierung (2) oder (3) in Azofarbstoffen übliche Substituenten enthalten, wie beispielsweise Halogenatome, Alkyl-, Alkoxy-, Nitro-, Hydroxy-, Carbonsäure-, Amino-, Acetylamino-, Benzoylamino- und insbesondere Sulfonsäuregruppen.

Als Reste Z, die bei der Einwirkung eines alkalisch wirkenden Mittels abgespalten werden können, kommen beispielsweise die folgenden in Betracht: Ein Halogenatom, wie ein Chloratom, eine Alkyl- oder Arylsulfonsäureestergruppe sowie Acyloxygruppen, wie die Acetoxygruppe, weiterhin eine Phenoxy- oder eine Dialkylaminogruppe, wie beispielsweise eine Dimethyl- oder Diäthylaminogruppe, ferner die Thioschwefelsäureestergruppe und insbesondere eine Schwefelsäureestergruppe.

Die verfahrensgemäß erhältlichen Metallkomplexverbindungen lassen sich in an sich bekannter Weise leicht entmetallisieren, wobei metallfreie o,o'-Dihydroxy-disazofarbstoffe der vorstehend genannten Formel (1) entstehen. Diese können anschließend in die Komplexverbindung eines anderen Metalls umgewandelt werden. So kann man beispielsweise die verfahrensgemäß erhältlichen Kupferkomplexverbindungen mit Hilfe eines Sulfids oder einer verdünnten Mineralsäure entkupfern und die metallfreien Disazofarbstoffe anschließend in die Komplexverbindungen des Chroms oder Kobalts überführen.

Die nach dem vorstehend beschriebenen Verfahren erhältlichen Farbstoffe können in metallfreier Form oder vorzugsweise als Kupfer-, Kobalt- oder Chromkomplexverbindungen zum Färben von Textilmaterialien verwendet werden. Die neuen Farbstoffe besitzen eine hohe Farbstärke und sind verwendbar für das Färben von Wolle, Seide und Polyamidfasern, wobei sie aus saurem, neutralem oder schwach alkalischem Färbebad angewendet werden.

Sie sind besonders wertvoll als "Reaktivfarbstoffe" zum Färben oder Bedrucken von Baumwolle und anderen natürlichen oder regenerierten Cellulosefasern. Die Färbung solcher Materialien erfolgt nach Druck- oder Färbeverfahren, bei dem die Farbstoffe mit Hilfe eines säurebindenden Mittels, wie Natriumhydroxyd, Natriumcarbonat oder Natriumbicarbonat auf dem Fasermaterial waschecht fixiert werden. Verfahren dieser Art sind aus der neueren Literatur bekannt (vgl. Melland Textilberichte 1959, 539 und 1965, 286).

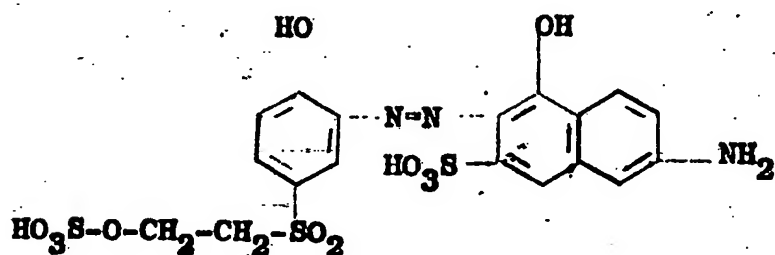
n und ähn-
n bessere
eisen als
t-Farbstoffen.
f insbesondere
ite Bestän-
schen Reini-

in tiefen marineblauen, blauen sowie blaugrauen
lichen Farbtönen gefärbt werden, die wesentlich
Beständigkeit gegenüber Waschbehandlungen aufw
farbtonmäßig vergleichbare Färbungen mit Direk
Von den erzielbaren Echtheitseigenschaften sind
die guten Naß- und Lichtechtheiten sowie die g
digkeit der Färbungen und Drucke bei der chemi
gung hervorzuheben.

Beispiel 1

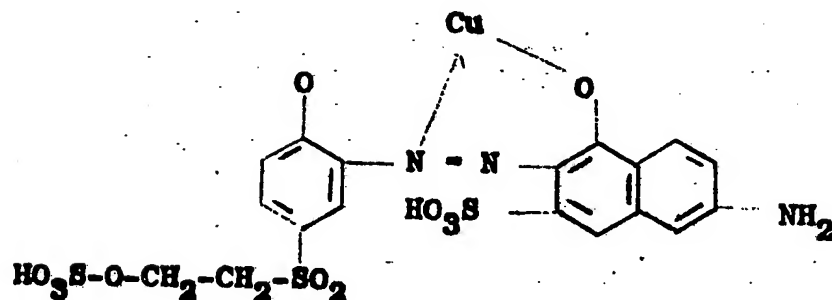
1644155

a) 54,2 Gewichtsteile des Aminoazofarbstoffes der Formel



werden in Form des Natriumsalzes in 670 Volumenteile Wasser eingetragen und mit 27,5 Gewichtsteilen kristallisiertem Kupfersulfat und 20 Gewichtsteilen kristallisiertem Natriumacetat versetzt. Das Gemisch wird 2 Stunden bei 60° bis 65° C gerührt (pH-Wert 4,8), wobei eine rotbraune Lösung entsteht. Nach Beendigung der Kupferkomplexbildung wird mit 25 % Kaliumchlorid (bezogen auf das Volumen der Lösung) versetzt und der ausgefallene Kupferkomplexfarbstoff durch Filtration isoliert und dann mit Kaliumchloridlösung gewaschen.

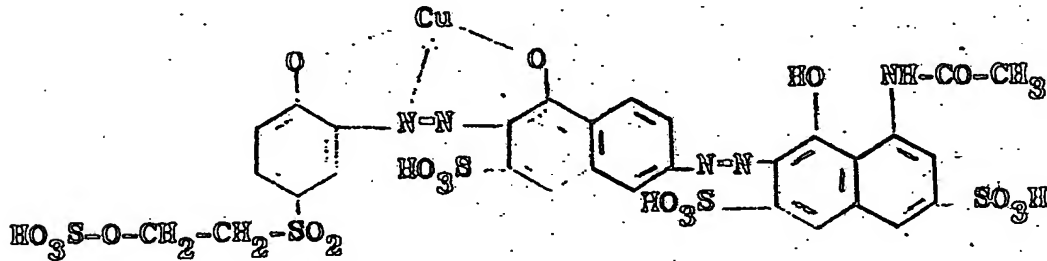
b) Der gemäß a) hergestellte Farbstoff, der als freie Säure der Formel



entspricht, wird in 750 Volumenteilen Wasser bei 70° C neutral gelöst und mit 20 Volumenteilen 5n Natriumnitritlösung versetzt. Die erhaltene Farbstofflösung wird noch warm auf ein kräftig gerührtes Gemisch aus 200 Gewichtsteilen Eispulver, 20 Volumenteilen Eisessig und 33 Volumenteilen 2n Salzsäure getropft (pH-Wert 4). Man läßt sodann 1 Stunde

1644155

bei 0° bis 5° C rühren und stellt anschließend durch Zugabe von Natriumcarbonat den pH-Wert 5,0 ein. Dieses Gemisch wird dann mit einer neutralisierten Lösung von 39,7 Gewichtsteilen 1-Acetylanino-8-hydroxy-naphthalin-3,6-disulfonsäure in 250 Volumenteilen Wasser vereinigt. Man läßt die Kupplung durch Zugabe von Natriumcarbonat bei einem pH-Wert von 6 bis 6,5 ablaufen und isoliert den entstandenen Kupferkomplex-disazofarbstoff, der als freie Säure der Formel

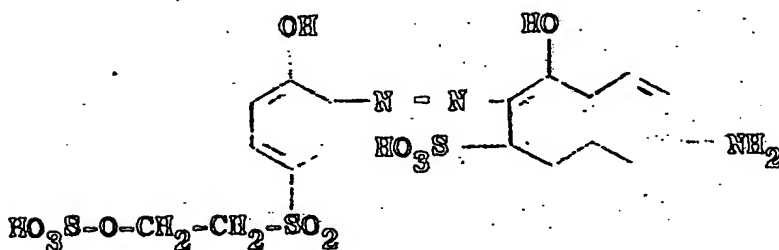


entspricht, durch Aussalzen mit 25 % Kaliumchlorid (bezogen auf das Volumen der Lösung), Filtration und Trocknung bei 60° C in Vakuum.

Man erhält ein dunkelblaues, salzhaltiges Pulver, das in Gegenwart von Natriumcarbonat auf Baumwolle sehr farbkraftige, marineblaue Drucke mit guter Wasch- und Lichtechtheit ergibt.

Beispiel 2

a) 54,2 Gewichtsteile des Aminoazofarbstoffes der Formel

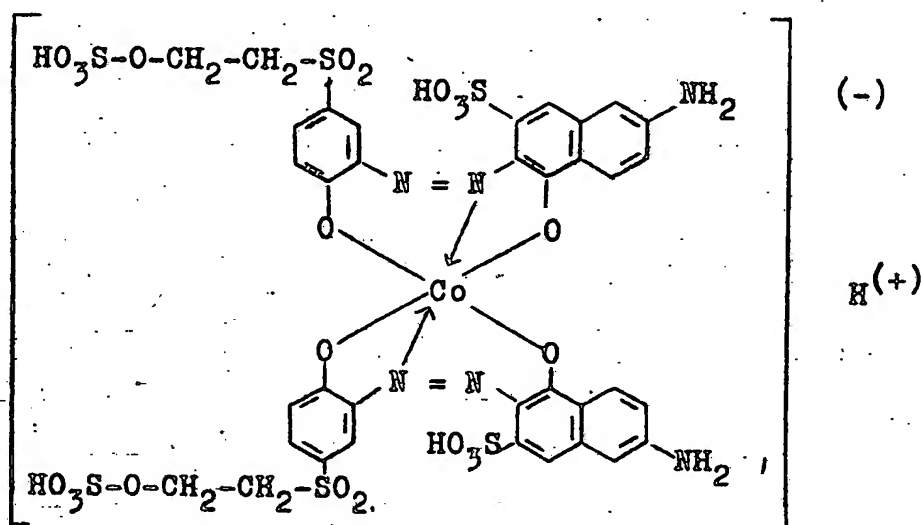


werden in Form des Natriumsalzes in 800 Volumenteilen Wasser

109813/1682

bei 80° bis 90° C gelöst und mit 15,4 Gewichtsteilen kristallisiertem Kobaltsulfat und 13 Gewichtsteilen kristallisiertem Natriumacetat versetzt. Das Gemisch wird dann 4 Stunden bei 70° - 75° C bis zur vollständigen Bildung der Kobaltkomplexverbindung gerührt, anschließend auf 10° C abgekühlt und mit Kaliumchlorid gesättigt. Der ausgefallene Farbstoff wird abfiltriert und mit Kaliumchloridlösung gewaschen.

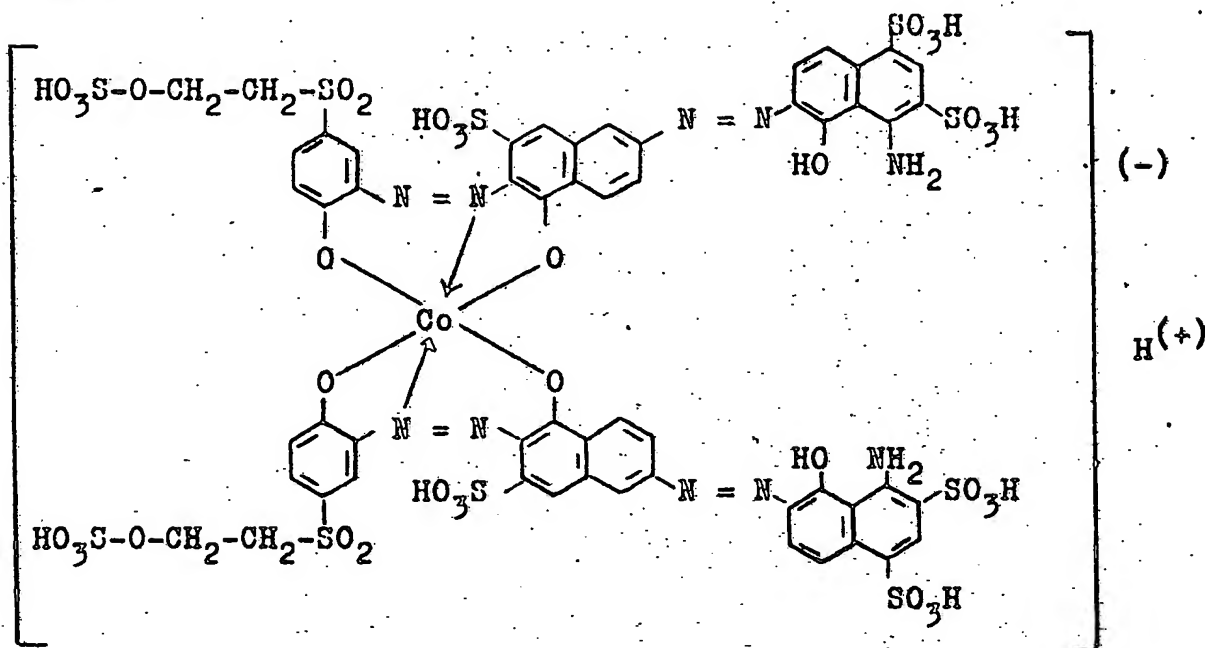
b) Der gemäß a) erhaltene Farbstoff, der als freie Säure der Formel



entspricht, wird in einer Mischung aus 610 Volumenteilen Wasser und 20 Volumenteilen 5n Natriumnitritlösung gelöst. Man läßt diese Lösung dann zu einem Gemisch aus 150 Gewichtsteilen Eispulver und 20 Volumenteilen konzentrierter Salzsäure fließen und rührt bei 0° bis 10° C bis die Diazotierung beendet ist. Der Überschuß an salpetriger Säure wird durch Zugabe von Amidosulfonsäure entfernt. Anschließend stumpft man die Diazoniumsalzlösung mit Natriumbicarbonat ab (pH-Wert 6,0) und vereinigt sie mit einer neutralisierten Lösung von 56,1 Gewichtsteilen 1-Amino-8-hydroxy-naphthalin-2,4-disulfonsäure (56,9 %ig) in 200 Volumenteilen Wasser. Man läßt die Kupplung bei einem pH-Wert von 6,0 - 6,5 ablaufen und isoliert den 1:2-Kobaltkomplexfarbstoff durch Aussalzen mit Kaliumchlorid.

109813/1682

rid. Das Produkt wird abfiltriert, dann mit Natriumchloridlösung gewaschen und getrocknet. Man erhält ein dunkles, salzhaltiges Pulver, in welchem der Farbstoff der Formel





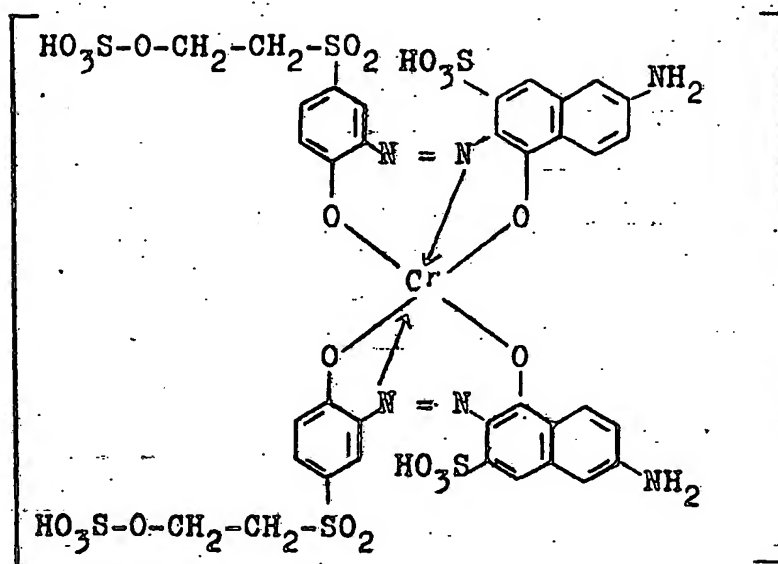
in Form des Natriumsalzes enthalten ist.

In Gegenwart von Natriumbicarbonat erhält man auf Baumwolle marineblaue Drücke, die gegenüber Chemischreinigung und Waschbehandlung sehr stabil sind..

Beispiel 12

- a) 54,2 Gewichtsteile des Aminoazofarbstoffes der in Beispiel 10a angegebenen Formel werden zur Umwandlung in die Chromkomplexverbindung in 1 150 Volumenteilen Wasser neutral gelöst und mit 25 Gewichtsteilen Chromalaun sowie 30 Gewichtsteilen kristallisiertem Natriumacetat versetzt (pH-Wert 5,0). Das Gemisch wird 11 Stunden unter Rückflußkühlung gekocht und dann auf 20° C abgekühlt. Der entstandene Farbstoff wird mit 25 % Natriumchlorid (bezogen auf das Volumen der Lösung) ausgesalzen, abfiltriert und mit Natriumchloridlösung gewaschen.

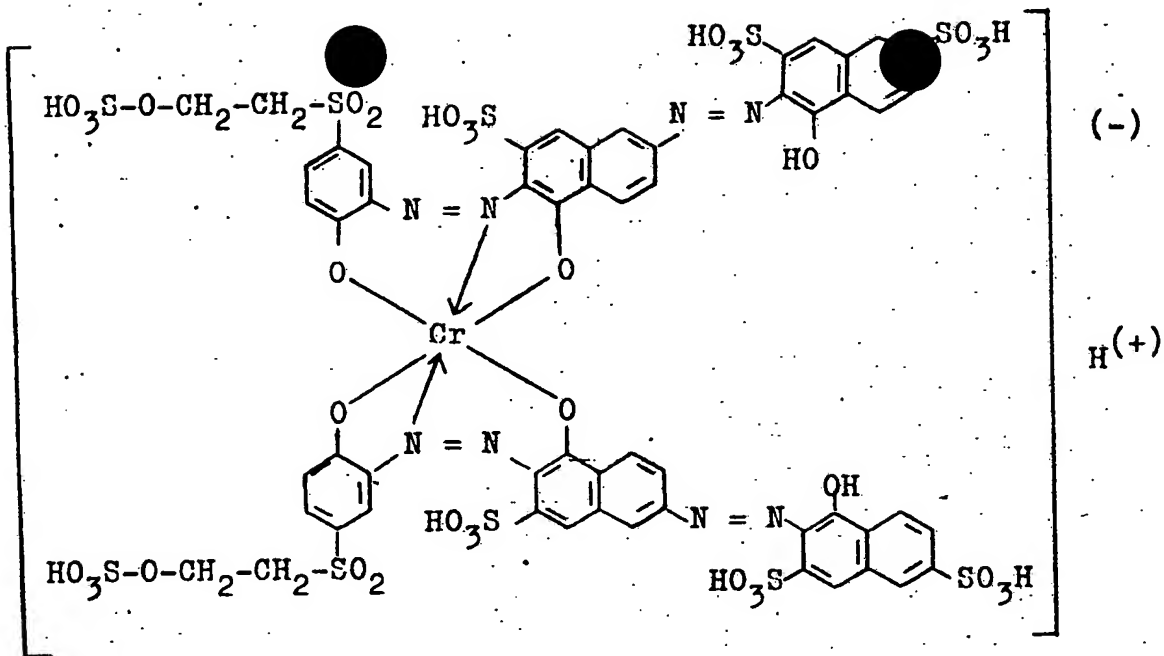
b) Der gemäß  erhaltene Farbstoff, der als  freie Säure der Formel



(-)

H(+)

entspricht, wird in einer Mischung aus 900 Volumenteilen Wasser und 20 Volumenteilen 5n Natriumnitritlösung gelöst. Diese Lösung wird bei 0° bis 10° C auf ein Gemisch aus 170 Gewichtsteilen Eispulver und 20 Volumenteilen konzentrierter Salzsäure getropft. Man rührt bis zur Beendigung der Diazotierung, entfernt dann den geringen Überschuß an salpotriger Säure mit Amidosulfonsäure und stumpft mit Natriumbicarbonat bis zum pH-Wert 6,0 ab. Das Gemisch wird dann bei 5° - 10° C mit einer neutralisierten Lösung von 46,4 Gewichtsteilen 1-Hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure (75 %ig) in 200 Volumenteilen Wasser vereinigt. Man läßt die Kupplung bei einem pH-Wert von 6 - 6,5 ablaufen. Nach beendeter Kupplung wird der entstandene 1:2-Chromkomplexfarbstoff durch Zerstäubungstrocknung bei 120° - 130° C isoliert. Man erhält ein dunkelblaues Pulver, in welchem der Farbstoff der Formel



in Form des Natriumsalzes enthalten ist.

In Gegenwart von Natriumcarbonat erhält man auf Baumwolle ein dunkelblaues Druckmuster, das gegenüber Lichteinwirkung und Waschbehandlung stabil ist.

10 bis 12

In ähnlicher Weise, wie in den Beispielen beschrieben, können die in der nachstehenden Tabelle aufgeführten Farbstoffe hergestellt werden. Sie ergeben auf Cellulosematerialien ebenfalls Färbungen und Drucke der weiter oben aufgeführten guten Echtheitseigenschaften. Die in der Tabelle angegebenen Ziffern I bzw. II bedeuten dabei, daß als Mittelkomponente entweder 2-Amino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure (I) oder 2-Amino-5-hydroxynaphthalin-1,7-disulfonsäure (II) zur Herstellung der erfindungsgemäßen Farbstoffe verwendet wurden.

Diazokomponente	Mittelkomponente	Kupplungskomponente	Metall	Farbton
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	1-Hydroxynaphthalin-4,7-disulfonsäure	Cu	marineblau
"	(I)	1-Hydroxynaphthalin-3,8-disulfonsäure	Cu	marineblau
"	(I)	2-Aminonaphthalin-5,7-disulfonsäure	Cu	violett
"	(I)	1-Acetylamino-8-hydroxynaphthalin-4,6-disulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-5-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	1-Amino-8-hydroxynaphthalin-2,4-disulfonsäure	Cu	grünstichigblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	1-Hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	Cu	marineblau
"	(I)	3-Acetylamino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure	Cr	blaugrau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-sulfonsäure	(I)	3-(4'-N-Methyl-β-chloräthylsulfenylamino)-benzoylamino-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-5-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	1-Acetylamino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	"	Cr	marineblau

Diazokomponente	Mittelkomponente	Kupplungskomponente	Metall	Farbton
2-Amino-1-hydroxy-benzol-4-β-dimethylaminoäthylsulfon	(I)	1-Amino-8-hydroxynaphthalin-2,4-disulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	1-Vinylsulfonylamino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxy-4-methoxybenzol-5-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	1-Hydroxynaphthalin-4-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-diäthylaminoäthylsulfon	(I)	1-(β-Diäthylaminoäthylsulfonyl-amino)-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-acetoxyäthylsulfon	(I)	1-Acetyl-amino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	1-Hydroxynaphthalin-4-sulfonsäure	Cr	marineblau
2-Amino-1-hydroxy-4-(N-methyl-vinylsulfon)amino-benzol	(I)	1-Acetyl-amino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-6-nitro-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthyl-sulfon-schwefelsäureester	(I)	1-Acetyl-amino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(II)	1-Hydroxynaphthalin-4-sulfonsäure	Cu	violett
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-thio-schwefelsäureester	(I)	1-Benzoylamino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	Cr	blaugrau

109813/1682

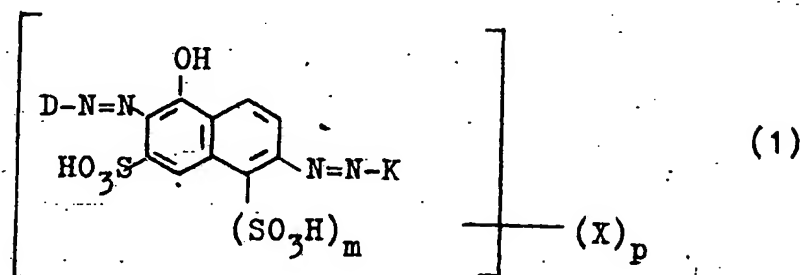
Diazokomponente	Mittelkomponente	Kupplungskomponente	Metall	Farbton
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	2-Hydroxynaphthalin-6,8-disulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4,6-disulfonsäure	(I)	1- $\sqrt{4'}$ -(N-Methyl-β-chloräthylsulfonylamino)-7-benzoylamino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	Cu	grünstichig-marineblau
2-Amino-1-hydroxynaphthalin-4,8-disulfonsäure	(I)	"	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxy-4-(N-butyläthionylamino)-benzol	(I)	1-Amino-8-hydroxynaphthalin-2,4-disulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	1-Amino-8-hydroxynaphthalin-2,4-disulfonsäure	Co	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-sulfonsäure		3-(N-Äthyl-äthionylamino)-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-phenoxyäthylsulfon	(I)	1-Benzoylamino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-methylsulfonsäureester	(I)	1-Hydroxynaphthalin-5-sulfonsäure	Cu	violett
4-Chlor-2-amino-1-hydroxybenzol		1-Vinylsulfonylamino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	Cu	marineblau
3-Amino-4-hydroxybenzoesäure	(I)	"	Cu	marineblau
2-Amino-6-acetylamino-1-hydroxybenzol-4-sulfonsäure	(I)	"	Cu	marineblau

1644155

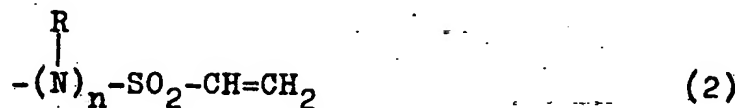
Diazokomponente	Mittelkomponente	Kupplungskomponente	Metall	Farbton
2-Amino-1-hydroxybenzol-4,6-disulfonsäure	(I)	3-(N-Methyläthionylamino)-5-hydroxynaphthalin-7-sulfonsäure	Cu	marineblau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4,6-disulfonsäure	(I)	1-Vinylsulfonylamino-8-hydroxy-naphthalin-3,6-disulfonsäure	Cu	blau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	1,3-Dihydroxybenzol	Cu	braunviolett
"	(I)	"	Co	violett
2-Amino-1-carboxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	1-Amino-8-hydroxynaphthalin-3,6-disulfonsäure	Co	marineblau
"	(I)	"	Cr	blau
2-Amino-1-hydroxybenzol-4-β-hydroxyäthylsulfon-schwefelsäureester	(I)	2-Amino-naphthalin-3,6-disulfonsäure	Cr	dunkelblau

1644155

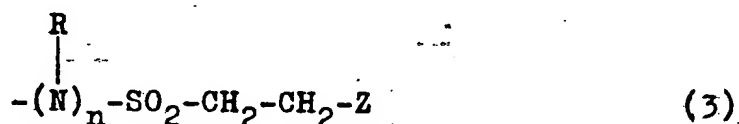
1. Abänderung des Verfahrens zur Herstellung von Disazofarbstoffen der allgemeinen Formel



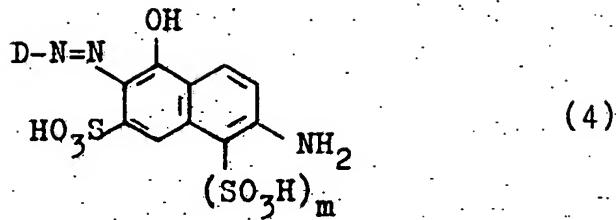
worin D den Rest einer Diazokomponente der Benzol- oder Naphthalinreihe darstellt, der in o-Stellung zur Azogruppe eine Hydroxyl- oder Carboxylgruppe aufweist, K den Rest einer Azokomponente der Benzol- oder Naphthalinreihe, X eine an D und/oder K gebundene Gruppierung der Formel



oder



worin R ein Wasserstoffatom oder einen Kohlenwasserstoffrest mit 1 - 4 Kohlenstoffatomen, Z einen alkalisch abspaltbaren anorganischen oder organischen Rest, m und n 0 oder 1 und p 1 oder 2 bedeuten, und deren Metallkomplexverbindungen gemäß Patent (Patentanmeldung F 47 105 IVc/22 a), dadurch gekennzeichnet, daß man hier einen Aminoazofarbstoff der allgemeinen Formel



worin D und m die vorstehend genannten Bedeutungen besitzen, durch Einwirkung eines metallabgebenden Mittels in die entsprechende Metallkomplexverbindung überführt, den so erhaltenen Metallkomplexfarbstoff in saurem Medium diazotiert und mit einer Azokomponente der Benzol- oder Naphthalinreihe kuppelt und gegebenenfalls den erhaltenen metallhaltigen Disazofarbstoff entmetallisiert.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die Metallisierung mit Kupfer-, Kobalt- oder Chromverbindungen durchführt.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.